



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09165264 A**(43) Date of publication of application: **24 . 06 . 97**

(51) Int. Cl.

**C04B 35/584  
H01L 21/02**(21) Application number: **07327278**(22) Date of filing: **15 . 12 . 95**(71) Applicant: **KYOCERA CORP**(72) Inventor:  
**SATO MASAHIRO  
NAKANISHI MASAHIRO  
SAKAGAMI MASASHI  
FUKUTOME TAKEO****(54) SILICON NITRIDE SINTERED PRODUCT AND ITS PRODUCTION**

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a silicon nitride sintered product excellent in grindability, as sustaining low thermal expansion, light weight and high toughness.

**SOLUTION:** A mixture of a powder of silicon nitride of  $\geq 80\%$  of the  $\alpha$ -form content with an average particle size of  $2-6\mu\text{m}$  with a powder of sintering additives is formed to a formed product having a composition of 75-95wt.% of silicon nitride, 1-7wt.% of rare earth

elements oxides, 1-10wt.% of alumina and 1-8wt.% of silica. The formed product is fired in a nonoxidative atmosphere at 1,600-1,750 to provide a silicon nitride sintered product containing the silicon nitride  $\beta$ -crystalline phase and the granular phase including rare-earth elements, silicon, aluminum, oxygen and nitrogen. This sintered product can be improved in its grindability by adjusting its properties as follows: density to  $2.90-3.15\text{g/cm}^3$ , Young's modulus to 240-270Gpa, maximum void diameter to  $\leq 100\mu\text{m}$ , toughness (K<sub>1c</sub>) to  $3-6\text{Mpa}\cdot\text{m}^{1/2}$  and 4-point flexural strength to 300-500Mpa.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-165264

(43) 公開日 平成9年(1997)6月24日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/584			C 0 4 B 35/58	1 0 2 D
H 0 1 L 21/02			H 0 1 L 21/02	Z

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平7-327278

(22) 出願日 平成7年(1995)12月15日

(71) 出願人 000006633

京セラ株式会社

京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22

(72) 発明者 佐藤 政宏

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内

(72) 発明者 中西 政仁

鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場内

(72) 発明者 坂上 勝何

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化珪素質焼結体およびその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】従来の窒化珪素質焼結体によれば、高い焼結体を得られる反面、これらの焼結体の被研削性が悪く、加工コストが高くなるという問題があった。

【解決手段】 $\alpha$ 率が80%以下、平均粒径が2~6 $\mu$ mの窒化珪素粉末、焼結助剤粉末との混合粉末を成形して得られた窒化珪素75~95重量%、希土類元素酸化物1~7重量%、酸化アルミニウム1~10重量%、酸化珪素1~8重量%の組成からなる成形体を1600~1750℃の窒素を含む非酸化性雰囲気中で焼成して、 $\beta$ -窒化珪素結晶相と、希土類元素、珪素、アルミニウム、酸素および窒素を含む粒界相からなる窒化珪素焼結体であって、密度が2.90~3.15g/cm<sup>3</sup>、ヤング率が240~270GPa、最大ボイド径が100 $\mu$ m以下、靱性(KIc)が3~6MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>、室温における4点曲げ強度が300~500MPaに制御することにより快削性を高めることができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 $\beta$ -窒化珪素結晶相と、希土類元素、珪素、アルミニウム、酸素および窒素を含む粒界相からなり、密度が $2.90 \sim 3.15 \text{ g/cm}^3$ 、ヤング率が $240 \sim 270 \text{ GPa}$ 、最大ポイド径が $100 \mu\text{m}$ 以下、靱性(KIc)が $3 \sim 6 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、室温における4点曲げ強度が $300 \sim 500 \text{ MPa}$ であることを特徴とする窒化珪素質焼結体。

【請求項2】 $\alpha$ 率が80%以下、平均粒径が $2 \sim 6 \mu\text{m}$ の窒化珪素粉末、焼結助剤粉末との混合粉末を成形して得られた窒化珪素75～95重量%、希土類元素酸化物1～7重量%、酸化アルミニウム1～10重量%、酸化珪素1～8重量%の組成からなる成形体を $1600 \sim 1750^\circ\text{C}$ の窒素を含む非酸化性雰囲気中で焼成することを特徴とする窒化珪素質焼結体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、低熱膨張率、軽量、高剛性の特性を有しつつ、被研削性能を向上し、加工コストを低減した半導体製造装置等に使用される快削性の窒化珪素質焼結体に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来から、窒化珪素質焼結体は、耐熱性、耐熱衝撃性および耐酸化性に優れることからエンジニアリングセラミックス、特にターボロータやガスタービンエンジン用部品等の熱機関用として応用が積極的に進められている。

【0003】この窒化珪素質焼結体を作製するには、焼結助剤として $\text{Y}_2\text{O}_3$ 等の希土類元素酸化物や、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{AlN}$ などのアルミニウム化合物、 $\text{SiO}_2$ などを添加して、常圧や、窒素加圧雰囲気中で焼成して緻密化することが特公昭52-3649号、特公昭58-5190号にてすでに提案されている。

【0004】また、窒化珪素質焼結体は、その用途に応じて、添加する助剤の選択がなされている。例えば、希土類元素酸化物を必須として、これに $\text{Al}_2\text{O}_3$ や $\text{MgO}$ 等を添加すると低温で液相が生成されるために、 $1800^\circ\text{C}$ 以下の比較的低温の常圧で焼成して緻密化することができ、この方法によれば、室温強度の高い焼結体を得ることができるため、室温で使用する用途に多用されている。

【0005】さらに、高温強度を高めた焼結体として、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ や $\text{MgO}$ 等を添加することなく、希土類元素酸化物と $\text{SiO}_2$ 成分との複合化によって、粒界を融点の高い結晶相により構成した焼結体も提案されているが、かかる焼結体は、 $1900^\circ\text{C}$ 以上の窒素加圧雰囲気中で焼成することが必要である。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の窒化珪素質焼結体によれば、焼結助剤として希土類酸化

物単独や、酸化アルミニウム等との組み合わせにより、その焼結性が高められ、高密度化され、それにより、強度及び破壊靱性の高い焼結体を得られる反面、これらの焼結体の被研削性が悪くなり、加工コストが高くなるという問題があった。

【0007】一方、半導体製造装置用部品等においては強度、靱性の特性はさほど重要ではなく、むしろ低熱膨張率、軽量、高剛性の特性が重要である。またこれらの部品は大型複雑形状であるため被研削性がよいことが要求され、この被研削性が良いほど加工コストを低減できるが、これまで、窒化珪素質焼結体においては、この被研削性の改善に対してはほとんど報告されていない。

【0008】従って、本発明の目的は、低熱膨張率、軽量、高剛性の特性を有しつつ、かつ被研削性の優れた快削性の窒化珪素質焼結体を提供するにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者は、焼結体の被研削性を高めるためには、焼結体の組織、強度、靱性値を制御することが重要であるという見地に基づき検討を重ねた結果、 $\beta$ -窒化珪素結晶相を主相とし、希土類元素、珪素、アルミニウム、酸素および窒素を含む粒界相とからなる焼結体であって、密度が $2.90 \sim 3.15 \text{ g/cm}^3$ 、ヤング率が $240 \sim 270 \text{ GPa}$ 、最大ポイド径が $100 \mu\text{m}$ 以下、靱性(KIc)が $3 \sim 6 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、室温における4点曲げ強度が $300 \sim 500 \text{ MPa}$ の焼結体において、被研削性が改善されることを見いだしたのである。

【0010】また、本発明によれば、かかる焼結体を製造するための方法として、 $\alpha$ 率が80%以下、平均粒径が $2 \sim 6 \mu\text{m}$ の窒化珪素粉末、焼結助剤粉末との混合粉末を成形して得られた窒化珪素75～95重量%、希土類元素酸化物1～7重量%、酸化アルミニウム1～10重量%、酸化珪素1～8重量%の組成からなる成形体を $1600 \sim 1750^\circ\text{C}$ の窒素を含む非酸化性雰囲気中で焼成することを特徴とするものである。

## 【0011】

【作用】窒化珪素質焼結体の被研削性を阻害する大きな要因は、高強度と高靱性にある。しかし、強度と靱性は製品として要求される特性を十分に満足する必要があるが、ある基準を満足していれば、過度の強度および靱性は必要はない。また、窒化珪素質焼結体の密度、ヤング率等の他の特性を劣化、あるいは大きく変化させてしまうと、窒化珪素質焼結体自体の良好な特性を失うこととなる。

【0012】従って、本発明では、密度、ヤング率等の特性を維持しながら、強度および靱性を適度に低めることにより、被研削性を向上したものである。つまり、ヤング率 $240 \sim 270 \text{ GPa}$ 、密度 $2.90 \sim 3.15 \text{ g/cm}^3$ 、最大ポイド径 $100 \mu\text{m}$ 以下、靱性(KIc)  $3 \sim 6 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、室温における4点曲げ強度

300～500MPaに制御することにより、研削加工時における抵抗を低減し快削性に優れた焼結体を得ることができる。特に、かかる特性の焼結体は、半導体製造用部品として有用である。

【0013】また、これまで焼結性の向上に高 $\alpha$ 率の窒化珪素粉末が用いられていたのを、本発明では、 $\alpha$ 率が低く、粒径の荒い窒化珪素粉末を用い、焼結助剤として、少なくとも希土類元素酸化物、酸化アルミニウムおよび酸化珪素を用いて、希土類元素酸化物の含有比率を低くし、酸化アルミニウム、酸化珪素の比率を高くすることにより、緻密化を促進しつつ、窒化珪素結晶の針状化を防ぎ、強度、破壊靱性値が過度に高くなるのを防止することにより、上記のような特性を有する焼結体を作製することができるのである。

#### 【0014】

【発明の実施の形態】本発明の窒化珪素質焼結体は、 $\beta$ -窒化珪素を主結晶相とし、希土類元素、珪素、アルミニウム、酸素および窒素を含む粒界相により構成される。本発明によれば、窒化珪素焼結体において、密度が2.90～3.15g/cm<sup>3</sup>、特に3.0～3.1g/cm<sup>3</sup>、ヤング率が240～270GPa、特に250～270GPa、最大ボイド径が100 $\mu$ m以下、特に70 $\mu$ m以下、靱性(KIc)が3～6MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>、特に3～4.5MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>、室温における4点曲げ強度が300～500MPa、特に400～500MPaであることが重要である。

【0015】これは、靱性(KIc)が6MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>より大きく、あるいは室温強度が500MPaより大きい、あるいは密度が3.15g/cm<sup>3</sup>より大きい、あるいはヤング率が270GPaより大きいと研削時の抵抗が大きく被研削性が悪くなり、加工コストが上昇するためである。また靱性(KIc)が3MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>より小さく、あるいは室温強度が300MPaより低い、密度が2.90g/cm<sup>3</sup>より小さかったり、あるいは焼結体の最大ボイド径が100 $\mu$ mより大きい、あるいは、ヤング率が240GPaより低いと、機械的特性が製品化において信頼性に欠けるものになってしまうためである。このように製品としての最低限の特性を満足しつつ、強度、破壊靱性値を低く抑えることにより被研削性を向上し、加工コストを低減できるのである。

【0016】なお、本発明に用いられる希土類元素としては、Y、Er、Yb、Lu、Sm等が挙げられる。これらの中でも安価に入手できる点では、Yが好ましい。

【0017】次に、上記のように密度、ヤング率等の特性を維持しつつ強度、靱性値を低下させて快削性に優れた窒化珪素質焼結体を作製する方法について説明する。まず、原料粉末として、用いる窒化珪素粉末は、 $\alpha$ 率が80%以下、特に70%以下、平均粒径が2～6 $\mu$ m、特に3～5 $\mu$ mの低 $\alpha$ 率の粒径の大きい粉末を使用する。そして、この粉末に対して、希土類元素酸化物、酸

化アルミニウム、場合によっては酸化珪素を添加する。これらの成分は、成形体組成において、窒化珪素が75～95重量%、特に80～90重量%、希土類元素酸化物が1～7重量%、特に3～6重量%、酸化アルミニウムが1～10重量%、特に3～8重量%、酸化珪素が1～8重量%、特に2～5重量%となるように配合される。このように、 $\alpha$ 率が低く、粒径の荒い窒化珪素粉末を用い、希土類元素酸化物の含有比率を低くし、酸化アルミニウム、酸化珪素の比率を高くすることにより、緻密化を促進させると同時に、組織の針状化を防ぎ、強度、破壊靱性値の向上を防ぐのである。なお、上記組成範囲において、酸化珪素としては、添加された酸化珪素以外に、窒化珪素粉末中の不純物酸素の酸化珪素換算量も含まれる。

【0018】つまり、 $\alpha$ 率が80%より大きいのか、平均粒径が2 $\mu$ mより小さいのか、窒化珪素含有量が75重量%より少ないと、組織の針状化が進み強度、靱性値が高くなる。また、希土類元素酸化物量が7重量%より多いか、酸化アルミニウム量が1重量%より少ないか、酸化珪素量が1重量%より少ない場合でも、上記の同様に組織の針状化が進み強度、靱性値が高くなる。

【0019】また、窒化珪素粉末の平均粒径が6 $\mu$ mより大きいのか、希土類元素酸化物量が1重量%より少ないか、あるいは窒化珪素量が95重量%より多いと、緻密化が難しく、目的の密度まで達し得ず、また、酸化アルミニウム量が10重量%より多いか、酸化珪素量が8重量%より多い場合は、強度、靱性が極度に低下し、また大きなボイドが生成しやすくなる。

【0020】なお、成形体を作製するには、上記組成を満足するように配合された混合粉末をボールミルなどにより十分混合粉碎した後、所望の成形手段、例えば、金型プレス、鋳込成形、冷間静水圧成形、押出し成形等の手法により成形することができる。

【0021】また、窒化珪素粉末の一部を、珪素粉末に置き換えて、1100～1400℃の窒化处理を行うことにより、 $\beta$ 型の窒化珪素を生成させてもよく、この場合には、高い密度の成形体を作製することができるために、寸法精度を高めることができる。

【0022】次に、上記の組成からなる成形体を1600～1750℃、特に1700～1750℃の窒素を含む非酸化性雰囲気中で焼成する。これは、焼成温度が1600℃より低いと、焼結が不十分で目的の密度が得られず、1750℃よりも高いと、組織の針状化が進み強度、靱性値が高くなるからである。

【0023】なお、焼成方法としては、例えば、ホットプレス方法、常圧焼成、窒素ガス圧力焼成、さらには、これらの焼成後に1000気圧以上の高圧下で熱間静水圧焼成することもできる。

【0024】また、本発明によれば、上記の成分以外に、本発明において目的とする特性を満足する限りにお

いて、周期律表第4a、5a、6a族元素金属や、それらの炭化物、窒化物、珪化物、または、SiCなどを分散粒子やウィスカーとして含有させてもよい。

【0025】

【実施例】

実施例1

$\alpha$ 率と粒径の異なる種々の窒化珪素粉末と、各種の希土類元素酸化物粉末と酸化アルミニウム粉末、酸化珪素粉末を用いて、成形体組成が表1に示す組成となるように調合後、 $1\text{ t/cm}^2$ で金型成形した。そして、成形体を炭化珪素質の匣鉢に入れて、窒素大気圧下で表1の条件で焼成した。

【0026】得られた焼結体をアルキメデス法により密\*

\*度を測定し、また、焼結体の最大ボイド径を鏡面処理した試料の光学顕微鏡による観察で $1\text{ mm}\times 1\text{ mm}$ の任意の面5ヶ所における最大ボイド径の平均を求めた。また、焼結体をJIS-R1601にて指定されている形状まで研磨し試料を作製した。この試料についてJIS-R1601に基づく室温での4点曲げ抗折強度試験を実施した。また、JIS-R1607に基づく室温での破壊靱性値(KIc)を求めた。さらにJIS-R1602に基づく室温のヤング率を求めた。またそれぞれの焼結体を#140のダイヤモンドで研削し、研削抵抗を電流値で評価した。結果は表2に示した。

【0027】

【表1】

試料 No.	組成 (重量%)				Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 粉末特性		焼成条件	
	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	RE <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	α率 (%)	平均粒径 (μm)	温度 (°C)	時間 (hr)
1	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	60	3	1750	5
2	87	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	60	3	1750	5
3	87	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	60	3	1750	5
4	87	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2.5 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2.5	5	3	60	3	1750	5
5	87	Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	60	3	1750	5
6	87	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	60	3	1750	5
7	89	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 3	5	3	60	3	1750	5
8	85	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7	5	3	60	3	1750	5
9	84	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	8	3	60	3	1750	5
10	90	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	2	3	60	3	1750	5
11	89	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	1	60	3	1750	5
12	83	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	7	60	3	1750	5
13	88	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2	5	5	60	3	1700	8
14	88	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2	5	5	60	3	1680	10
15	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	75	3	1750	5
16	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	30	3	1750	5
17	90	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 4	3	3	50	2	1750	5
18	84	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 6	7	3	60	6	1750	5
19	78	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	10	7	70	5	1700	5
*20	91.5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.5	5	3	60	3	1750	5
*21	83	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 9	5	3	60	3	1750	5
*22	91.5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	0.5	3	60	3	1750	5
*23	80	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	12	3	60	3	1750	5
*24	89.5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	0.5	60	3	1750	5
*25	80	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	10	60	3	1750	5
*26	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	60	3	1800	5
*27	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	60	3	1580	10
*28	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	90	3	1750	5
*29	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	95	3	1750	5
*30	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	70	7	1750	5
*31	87	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	70	1	1750	5
*32	96	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1	1	2	60	3	1750	5
*33	74	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 8	10	8	60	3	1750	5

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

試料 No.	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	最大ボイド径 ( $\mu$ m)	強度 (MPa)	靱性 $KIc$ (MPa $\cdot$ m <sup>1/2</sup> )	ヤング率 GPa	研削抵抗 (A)
1	3.08	50	460	4.2	260	2
2	3.03	60	450	4.5	250	2
3	3.02	70	440	4.5	250	2
4	3.03	60	430	4.5	250	2
5	3.03	70	410	4.1	250	1
6	3.07	40	460	4.3	260	2
7	3.02	70	420	4.1	250	1
8	3.12	40	470	5.3	270	3
9	3.08	60	430	4.2	270	2
10	3.08	40	480	5.2	260	3
11	3.02	50	460	5.3	260	3
12	3.09	80	320	3.7	250	1
13	2.98	60	380	3.8	260	1
14	2.93	80	320	3.8	250	1
15	3.03	60	490	5.6	260	3
16	3.06	70	410	3.7	260	2
17	3.12	40	470	5.3	270	3
18	2.95	80	330	3.5	250	1
19	3.08	80	330	3.5	260	1
*20	2.85	80	240	3.3	230	1
*21	3.20	30	520	6.3	290	8
*22	2.95	70	350	6.2	250	6
*23	3.09	110	270	2.8	270	1
*24	3.15	30	530	6.2	270	8
*25	3.09	110	280	2.7	270	1
*26	3.21	20	560	6.3	290	9
*27	2.81	110	270	3.2	230	1
*28	3.08	50	550	6.3	260	7
*29	3.10	40	630	6.5	260	8
*30	2.75	120	250	3.0	230	1
*31	3.20	30	560	6.3	290	9
*32	2.70	110	260	3.1	230	1
*33	3.25	30	530	6.3	290	9

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

【0029】表1および表2の結果によると、強度が500MPaを越えるか、あるいは靱性が6MPa $\cdot$ m<sup>1/2</sup>を越える試料No. 21、22、24、26、28、29、31、33では、研削抵抗が高く快削性が低いものであった。また、試料No. 20、23、25、27、30、32は、密度あるいはヤング率が低いか、または最大ボイド径が100 $\mu$ mを越えるもので製品としての

信頼性に欠けるものであった。

【0030】これらの比較例に対して、その他の本発明に基づく試料は、いずれも密度、ヤング率が高くしかも研削抵抗が低く、快削性に優れたものであった。なお、本発明の焼結体は、いずれも $\beta$ -窒化珪素を主結晶とし、その粒界は非晶質体であった。

【0031】実施例2

純度99%の珪素粉末、および $\alpha$ 率60%、平均粒径3 $\mu$ mの窒化珪素粉末と、種々の希土類元素酸化物粉末と酸化アルミニウム粉末、酸化珪素粉末を用いて、窒化後の成形体組成が表3に示す組成になるように調合後、1t/cm<sup>2</sup>で金型成形した。次に、この成形体を炭化珪素質の匣鉢に入れて、1300℃で5時間窒化した後、表3の条件で焼成した。なお表3中のSi量の数値は、窒化後の全窒化珪素分における珪素粉末の窒化によって\*

\*生成した窒化珪素分の重量比率である。

【0032】そして、得られた焼結体に対して、実施例1と同様な方法で、密度、最大ボイド径、室温での4点曲げ抗折強度、室温での破壊靱性値、室温のヤング率および研削抵抗を電流値で評価した。結果は表4に示した。

【0033】

【表3】

試料 No.	組成 (重量%)						焼成条件 温度 (°C) 時間 (hr)	
	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Si	RE <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>			
34	87	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
35	87	70	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
36	87	70	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
37	87	70	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2.5 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2.5	5	3	1750	5	
38	87	70	Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
39	87	70	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
40	87	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
41	87	40	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
42	87	90	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
43	87	100	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1750	5	
44	88	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 3	6	3	1750	5	
45	78	60	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7	10	5	1700	5	
46	87	70	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2	4	7	1750	5	
*47	93.5	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.5	5	1	1750	5	
*48	79	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 9	5	7	1700	5	
*49	91.5	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	0.5	3	1750	8	
*50	78	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	12	5	1680	10	
*51	89.5	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	0.5	1580	5	
*52	78	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	12	1750	5	
*53	87	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1600	10	
*54	87	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5	5	3	1800	5	
*55	96	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1	1	2	1750	5	
*56	74	70	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 8	10	8	1750	5	

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

【0034】

【表4】



試料 No.	密度 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	最大ポイド径 ( $\mu\text{m}$ )	強度 ( $\text{MPa}$ )	靱性 $K_{Ic}$ ( $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ )	ヤング率 ( $\text{GPa}$ )	研削抵抗 ( $\text{A}$ )
34	3.07	40	460	4.3	260	2
35	3.02	50	440	4.4	250	2
36	3.00	60	440	4.3	250	2
37	3.01	60	420	4.4	250	2
38	3.02	70	410	4.2	250	1
39	3.05	50	460	4.3	260	2
40	3.06	60	450	3.9	260	2
41	3.07	40	470	4.5	270	2
42	3.03	50	440	4.2	260	2
43	3.01	70	410	3.5	250	1
44	3.05	50	430	4.3	260	2
45	3.13	80	320	3.5	250	1
46	2.93	80	310	3.3	240	1
*47	2.85	110	280	3.6	230	1
*48	3.18	30	520	6.5	290	9
*49	3.00	80	510	6.2	260	8
*50	3.09	110	290	2.8	290	1
*51	3.13	50	510	6.3	270	8
*52	3.08	120	260	2.9	280	1
*53	2.75	130	240	3.3	220	1
*54	3.20	30	530	6.3	290	8
*55	2.68	110	250	3.1	230	1
*56	3.24	30	520	6.2	290	9

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

【0035】表3および表4の結果によると、強度が500MPaを越えるか、あるいは靱性が $6\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ を越える試料No. 48、49、51、54、56では、研削抵抗が高く快削性が低いものであった。また、試料No. 47、50、52、53、55は、密度あるいはヤング率が低いか、または最大ポイド径が $100\mu\text{m}$ を越えるもので製品としての信頼性に欠けるものであった。

【0036】これらの比較例に対して、その他の本発明40に基づく試料は、いずれも密度、ヤング率が高くしかも研削抵抗が低く、快削性に優れたものであった。なお、\*

\*本発明の焼結体は、いずれも $\beta$ -窒化珪素を主結晶とし、その粒界は非晶質体であった。

【0037】

【発明の効果】以上詳述した通り、本発明によれば、密度、ヤング率および適度の強度、靱性を維持しつつ、焼結体の研削時の抵抗を低減し、快削性を高めることができる。

【0038】これにより、例えば、半導体製造用部品などの複雑な形状の部品も容易に且つ安価に製造することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 福留 武郎

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内